

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-14683

⑬ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成3年(1991)1月23日

D 06 M 15/643  
13/00

9048-4L  
9048-4L  
9048-4L  
9048-4L

D 06 M 15/643  
13/00

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全7頁)

⑮ 発明の名称 繊維改質用処理剤

⑯ 特 願 平1-148068

⑰ 出 願 平1(1989)6月9日

⑱ 発 明 者 米 田 陽 彦 大阪府八尾市湍川町2丁目1番3号 松本油脂製薬株式会社内

⑲ 発 明 者 高 橋 一 栄 大阪府八尾市湍川町2丁目1番3号 松本油脂製薬株式会社内

⑳ 出 願 人 松本油脂製薬株式会社 大阪府八尾市湍川町2丁目1番3号

㉑ 代 理 人 弁理士 青 山 葆 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

繊維改質用処理剤

2. 特許請求の範囲

1. 融点約50℃以上の3次元的の屑状構造を有する固体シリコーン樹脂を含有する繊維改質用処理剤。

2. 3次元的の屑状構造を有する固体シリコーン樹脂がアルキル変性シリコーン樹脂である請求項1に記載の繊維改質用処理剤。

3. 融点約50℃以上の3次元的の屑状構造を有する固体シリコーン樹脂および固体パラフィン系炭化水素および/または固体のエステル化合物を含有する繊維改質用処理剤。

3. 発明の詳細な説明

発明上の利用分野

本発明は繊維改質用処理剤、特に、絹等の繊維集合体の引き抜き抵抗力を改質し、絹切れを防止するために有用な繊維改質剤に関する。

従来の技術

近年、布帛やシート類は手触りのさらっとした冠粒のものが求められる傾向があり、冠粒素材としてポリオレフィンやポリエステル冠粒等の親水性冠粒またはこれらを含む混合冠粒が用いられる傾向が増大している。これらの冠粒は一般的に折り易く、綿状にした際引き抜き抵抗力が小さく絹切れし易いと云った欠点がある。

一方、布帛自体も両手のものが流行しており、従って布帛絹も両手のものが必要となり、益々親水性冠粒の引き抜き抵抗力の向上が要望されるに至っている。

また生産面からみると、生産効率をあげるための高遠処理が必然の流れであり、高遠処理によっても絹切れしない性質および生産工程中収縮しても戻らない性質が特に要望されている。

以上のごとき要望は単に布帛絹に限らず、シート類、パフ、成型用品、和服や寝装あるいはキルティングの中綿、研布布巾等の綿素材においても重視されるに至っている。

更に合成冠粒による不織布は上記の他水透過性、

制電性などのバランスにも問題があった。

この引抜き抵抗を改善するためコロイダルシリカや安息香酸石炭酸、トリメリット酸石炭酸、ノニルフェノール、ラウリン酸、ラウリルアルコール等のポリオキシエチレン付加物、低物油等の仕上げ剤を処理する方法が取られてきた。しかし、コロイダルシリカやトリメリット酸等の石炭酸の場合は、それを給油処理した樹脂を布面綿状に加工する工程、例えば梳綿、ニードルパンチングあるいはウォーターニードリングなどで仕上げ剤が脱落し、仕上げ剤の効果が著しく減退してしまうこと、およびその脱落物により梳綿機などの加工設備や樹脂が損傷を受けたり、脱落物により樹脂が汚染されるなどの問題がある。また、ノニルフェノール、ラウリン酸、ラウリルアルコール等のポリオキシエチレン付加物、低物油等を伴った仕上げ剤は効果が少なく、その量を多くして目録水準に近付けることができて、仕上げ剤の脱落による工程汚れや脱落物に樹脂が付着地帯し生産性が低下するなどの点で問題があった。

特に常温以下になると、通常のシリコン油においてみられることと耐油性が発現し、却って、引き抜き抵抗が低下し、滑り易くなる。また、ウォーターニードリングやニードルパンチおよび梳綿の洗脱に依する耐久性が失われる。

本発明樹脂改質用処理剤は上記固体シリコン樹脂を適当な希釈剤に希釈することにより得られる。

希釈剤としては、固体シリコン樹脂を溶解あるいは分散する溶剤、例えばトルエン、イソプロパノール、ヘキサノール、イソブチルメチルケトン、クロロホルム等であってもよい。さらにまた、固体シリコンを溶媒に溶解し、あるいはそのまま適当な界面活性剤を用いて水に分散または乳化させてもよい。

本発明樹脂改質用処理剤は固体シリコン樹脂に加えて固体パラフィン系炭化水素および/または固体エステル化合物を含有していてもよい。

固体パラフィン系炭化水素は、融点50℃以上で高いほうが有効であり、直鎖状でも環状または

#### 発明が解決しようとする課題

布面綿状樹脂集合体に引き抜き抵抗力を付与する上に、この性能が耐久性よく保持される制電性、水透過性においてもすぐれている樹脂改質用処理剤を提供するものである。

#### 課題を解決するための手段

本発明は、融点約50℃以上の3次元的の網状構造を有する固体シリコン樹脂を含有する樹脂改質用処理剤を提供する。

本発明に用いる固体シリコン樹脂は、3次元的の網状構造を有し、融点50℃以上、より好ましくは約60℃以上の固体状のポリオルガノシロキサンであり、部分的に炭素数1以上のアルキル基、フェニル基および/または脂環式基で置換されていてもよく、特に好ましくはアルキル置換シリコン樹脂である。アルキル基の炭素数は平均1~20個、特に1~5個のものが好ましい。

固体シリコン樹脂の融点は高いほうが好ましい。融点が約50℃以下では、本発明が目的とする引き抜き抵抗が十分に得られず、融点が40℃以下、

何れも形成してもよい。

固体エステル化合物は、融点が60℃以上のリン酸エステル塩、硫酸エステル塩、脂肪族系エステル、脂肪族系ポリアルキレンポリアミン縮合物の少なくとも1種以上であり、次のような化合物が挙げられる。ラウリルホスフェートK塩、ステアрилホスフェートK塩、ペヘニルホスフェートK塩、炭素原子数30以上のアルキルホスフェートK塩またはこれらホスフェートのNa塩、ポリオキシエチレンステアリアルアミン塩、ステアリアルアミン塩などのアミン塩であるリン酸エステル塩、ラウリルサルフェートK塩、ポリオキシエチレンラウリルサルフェートK塩、ステアリアルサルフェートK塩、ポリオキシエチレンステアリアルサルフェートK塩、ポリオキシエチレンアルキル(炭素原子数30以上)サルフェートK塩またはこれらサルフェートのNa塩、ポリオキシエチレンステアリアルアミン塩、ステアリアルアミン塩などのアミン塩である硫酸エステル塩、ジステアリアルスルホサクシネートK、ステアリアルスルホネートK塩、

セチルスルフォネートK塩、またはこれらスルフォネートのNa塩、ポリオキシエチレンステアリンアミン塩、ステアリンアミン塩などのアミン塩であるスルフォネート塩などが挙げられる。

脂肪族系エステルとしては、ステアリンステアレート、ラウリンステアレート、アルキル(炭素数30以上)ステアレート、ラウリンテレフタレート、ジステアリンアジベート、脂肪族系ポリアルキレンポリアミン縮合物としては、ステアリン酸などの脂肪酸とジエチレントリアミンなどのポリアルキレンアミンとの縮合物、ステアリン酸などの脂肪酸とジエタノールアミンなどのアルカノールアミンとの縮合物、ジステアロイルアミドなどが挙げられる。

固体パラフィンおよび固体エステル化合物は、単独で固体シリコン樹脂に配合してもあるいは2種以上併用してもよい。

固体パラフィン系炭化水素および固体エステル化合物は固体シリコン樹脂100重量部に対し、約2〜1000重量部、より好ましくは約20〜

400重量部配合する(固体パラフィンおよび固体エステル併用の場合は両者の合計量)。

固体パラフィンや固体エステルの量が1000重量部より多いと、引張抵抗が弱くなり、2重量部より少ないとシートの均斉度が低下するなどの問題がある。

固体パラフィン系炭化水素又は/及び固体エステル化合物を用いることにより、給油処理樹脂がさらりとした触感になり、シートの均斉度が向上し、商品価値が改訂される。

特に固体エステル化合物として、リン酸エステル類を用いると樹脂に荷重防止性を付与することができ、その結果シートを生産する時と加工する時に、樹脂の乱れが減少し、均斉度が向上して、生産性および製品価値が向上する等の効果がある。また、固体エステル化合物として炭化アルキレン付加アルキルリン酸エステルを用いることにより、処理剤成分相互の相溶性が良くなって、処理剤を容易に均一付与させる等の効果がある。

本発明樹脂改質用処理剤は上記成分の他更に乳

化剤、荷重防止剤、凝縮剤、柔軟剤、防汚剤、防錆剤、消泡剤等を配合してもよい。

本処理剤は、樹脂100部に0.01〜3.0部、望ましくは0.05〜0.5部付与せればよく、そのため、水、アセトン、アルコール、n-ヘキサン等で希釈して分散乃至溶解した状態で付与すればよい。

本発明処理剤により樹脂を処理する場合、各成分を混合処理しても、別々に処理してもよく、また、何回かに分けてあるいは何箇所かに分けてあるいは何箇所かで繰り返し処理することでもできる。

本発明処理剤を樹脂に付与する場合、原料樹脂に本発明処理剤を振り掛ける噴霧法か、その溶液に原料樹脂を浸漬する浸漬法、その他擦染法などが挙げられ、布帛綿状あるいはパフ状、シート状にした後に付与することでもできる。

本発明処理剤を処理した樹脂は、布帛綿状樹脂集合体を水混で噴射処理する場合でも、綿状樹脂の引き抜き抵抗が強いので綿切れの発生が防止される。また、本発明処理剤で処理した樹脂表面

は、電子顕微鏡でみるとコロイダルシリコンとアルキル変性固形状シリコンは付与状態が違い、前者は点状に突起があり、後者は凹凸状に面付しており、この差が耐久性の差になると思われる。

なお、この付与状態は、ホスフェート塩等の成分が境界樹脂の特性を示すのに対して、上記2点樹脂表面で固体樹脂の特性を示しているため、高耐水性の樹脂が得られるものと考えられる。

本発明処理剤で処理し得る樹脂としては、ポリエステル、ナイロン、アクリル、ポリプロピレン、ポリエチレン、アセテート、ビニロン、レイヨンおよびこれらの複合樹脂類を含めた合成樹脂の他に、絹、羊毛などの天然樹脂などが挙げられ、これらを単独あるいは併用されていても有効である。

以下、実施例によって本発明を具体的に説明するが、本発明はそれらによって何等限定されるものではない。

#### 実施例1〜8および比較例1〜5

ポリオレフィン系複合樹脂綿(長さ51mm、太さ2de)100gを表-1(1)〜(2)に示す処方

の融媒改質処理剤3重量%分散液(45-50℃)に浸漬し、液が十分綿内部に含浸した後、引き揚げ、絞り率10%に絞った後80℃で30分間乾燥した(処理剤固形分付着量0.3重量%(対融媒))。

上記処理綿を用い、以下の方法で引き抜き抵抗性、および帯電性を評価した。結果を表-1(3)に示す。

#### 引き抜き抵抗性

梳綿機により作製した布団綿を40g/m<sup>2</sup>の厚さ10cmの長さに切断してつかみ間隔10cmに両端をつかんで50cm/minの引張り速度で引張り、引張り強力の高値値を引き抜き抵抗性とした。

#### 帯電性

20℃、50%RHの湿度で梳綿機により梳綿を作製するときに、梳綿機を通過直後の静電気量の高値値を静電気とした。

表-1(2)

	比較例				
	1	2	3	4	5
ポリオキシエチレン(n=9)ノニルフェニルエーテル	70				
ポリオキシエチレン(n=7)ラウリルエーテル	10				
ポリオキシエチレン(n=3)ラウリルエーテル		20			
ポリオキシエチレン(n=9)ラウリルエーテル			70		
ポリオキシエチレン(n=20)ひまし油エーテル					30
ポリオキシエチレン(n=30)ステアレン化フェノールエーテル					25
ポリオキシエチレン(n=5)ラウリルフェニルエーテルNa塩			30		20
ラウリン酸ジエタールアミド		10			
アルカン(C12~14)スルホネートNa塩		10			
ポリブテン					25
トリメチルケトン			100		
コロイダルシリカ	20				
鉱油		60			

表-1(3)

	実 施 例								比 較 例				
	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3	4	5
引き抜き抵抗(%)	70	71	73	70	73	72	74	75	40	33	34	31	33
静電気 (KV)	0.1	0.2	0.5	0.4	0.1	0.6	0.1	0.3	0.5	0.3	0.1	0.4	0.1

表-1(1)

	実 施 例										
	1	2	3	4	5	6	7	8			
アルキル変性固形状シリコン	55	5	15	5	10	10	10	15	-		
ラウリルホスフェートK塩	40	30	-	-	-	-	-	-	-		
ポリオキシエチレン(n=3)セチルサルフェートNa塩	-	20	-	-	-	-	-	-	-		
P E G (MW1540)イソフタル酸ポリエステル(MW9800)	-	-	10	-	-	-	-	-	-		
ジメチルシリコン(粘度200cst 30℃)	-	-	30	-	15	30	-	-	-		
ポリオキシエチレン(n=5)ひまし油エーテル	-	-	-	-	-	-	45	-	-		
ポリオキシエチレン(n=10)ひまし油エーテル	-	-	30	-	70	-	-	20	-		
ポリオキシエチレン(n=5)ラウリルホスフェートNa塩	-	-	-	-	-	-	-	30	-		
ポリオキシエチレン(n=20)ノルボルンモノステアレート	-	-	-	-	-	-	-	25	-		
ポリオキシエチレン(n=30)ステアレン化フェノール	-	-	-	15	-	-	-	-	-		
アルカン(C12~14)スルホネートNa塩	-	-	15	-	-	40	-	-	-		
鉱物油	-	-	-	-	-	10	-	20	5		
ステアリンホスフェートK塩	-	-	-	5	-	-	-	-	-		
固形パラフィン (融点50℃)	-	-	-	75	-	-	-	-	-		
ラウリン酸ジエタールアミド	-	45	-	-	-	-	-	-	-		
ポリオキシエチレン(n=3)セチルホスフェートK塩	-	-	-	-	5	-	-	-	-		
部分酸化ポリエチレン	-	-	-	-	-	10	-	-	-		
ポリオキシエチレン変性シリコン	-	-	-	-	-	-	25	-	-		
オレイルイミダゾリウムエトサルフェート	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
ポリブテン (MW300)	-	-	-	-	-	-	-	-	-		
ポリオキシエチレン(n=10)アルキル(炭素数35)ステアレート	-	-	-	-	-	-	-	-	-		

## 実施例9～12および比較例6～7

ポリプロピレン系繊維綿(長さ51mm、太さ1.5de)100gを表-2に示す処方の繊維改質処理剤3重量%分散液(45～50℃)に浸漬し、液が十分綿内部に含浸した後、引き揚げ、絞り率10%に絞った後80℃で30分間乾燥した(処理剤固形分付着量0.3重量%(対繊維))。

上記処理綿を用い、以下の方法で引き抜き抵抗性、および帯電性を評価した。結果を表-2に示す。

表-2

	実施例					比較例				
	9	10	11	12	12	6	7	6	7	
アルキル変性固形状シリコン	5	40	20	40	40	-	-	-	-	
ステアラルホスフェートK塩	70	70	70	-	-	70	70	70	70	
ポリオキシエチレン(n=10)ひまし油エーテル	9	9	9	9	9	9	9	9	9	
ポリオキシエチレン(n=10)アルキル(c=35)エーテル	9	9	-	-	-	9	9	-	-	
ポリオキシエチレン(n=10)アルキル(c=35)ステアレート	-	12	12	-	-	-	-	12	12	
固形状シリカ	12	-	-	-	-	-	-	5	20	
コロイダルシリカ	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
ポリオキシエチレン(n=10)ニルフェノール	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
ポリオキシエチレン(n=5)ラクリルホスフェートK塩	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
引き抜き抵抗	70	80	78	80	80	32	39	32	39	
白粉	0	1	1	1	1	3	5	3	5	
綿粒	0	1	1	1	1	2	4	2	4	
帯電	0.2	0.5	0.3	0.3	0.3	0.2	0.3	0.2	0.3	
静電性	0.51	0.62	0.57	0.6	0.6	0.34	0.42	0.34	0.42	

## 耐久性

繊維を梳綿機にて繰り返し5回解綿した繊維を用いてJIS-L1015に準拠して静摩擦係数を測定し耐久性を評価した。

## 白粉

原綿を梳綿機にて解綿し梳綿機表面の白粉付着状態を白粉とした。

## 綿粒の発生

30℃70%RHの湿度で原綿を梳綿機にて解綿し作製された梳綿機当たりの粒状の塊(綿粒)の数を測定し、次の5水準で判定した。綿粒無し(0点)、5個以下(1点)、10個以下(2点)、15個以下(3点)、30個未満(4点)、30個以上(5点)。

## 透水性

不織布(30g/m<sup>2</sup>)を成型した。得られた不織布を張り、その表面にビペットで水滴を載せ、水滴の消失時間を観察した。

5: 瞬時に水滴が消失した。

4: 10秒以内に水滴が消失した。

3: 10秒を超え30秒以内に水滴が消失した。

2: 30秒を超え60秒以内に水滴が消失した。

1: 60秒を超えても水滴が消失しない。

比較例6、7でコロイダルシリカ添加量の多い仕上げ剤を使うと引き抜き抵抗が大きくなるが、白粉の発生も増えるのに対して、実施例9～12において本発明に係わるアルキル変性固形状シリコンを添加した仕上げ剤は一段と引き抜き抵抗が強く、白粉の発生も少なく非常に優れた結果を得た。

## 実施例13

繊維100部にアルキル変性固形状シリコン5部、フッ素樹脂10部、ラクリルホスフェートK塩85部の混合品の0.4部を給油したポリプロピレン繊維の場合は引き抜き抵抗70g、白粉2点、静電気綿粒1点、0.3KVの結果を得た。

## 実施例14～23および比較例8～9

ポリエステル系繊維綿(長さ51mm、太さ1.5de)100gを表-3に示す処方の繊維改質処理剤3重量%分散液(50～55℃)に浸漬し、液が十

分綿内部に含浸した後、引き揚げ、収り率10%に絞った後80℃で60分間乾燥した(処理剤固形分付着量0.3重量%(対繊維))。

上記処理綿を用い、以下の方法で引き抜き抵抗性、および帯電性を評価した。結果を表-3に示す。

表-3

	実 例										比較例	
	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	8	9
アルキル炭酸塩固形シリコーン(融点150℃)	5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
アルキル炭酸塩固形シリコーン(融点80℃)	5	5	15	-	-	-	-	-	5	-	-	-
アルキル炭酸塩固形シリコーン(融点180℃)	-	5	5	45	25	50	30	30	10	20	30	-
ラウリルホスフェートK塩	20	-	-	-	-	30	-	-	-	10	10	-
アルキル(炭酸数38)ポリオキシエチレン(n=8)ホスフェートK塩	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
ジメチルシリコーン(粘度500cst 30℃)	-	-	10	-	-	-	-	5	-	-	-	-
固形パラフィン(融点50℃)	10	-	10	-	-	-	20	-	10	-	-	-
アルキル(炭酸数45)ステアレート	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	30
アルキル(C14-16)スルホネートNa塩	30	-	-	-	-	-	30	-	-	-	30	-
ポリオキシエチレン(n=3)ラウリル	-	40	30	-	-	20	-	-	-	30	-	-
アルフェートNa塩	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
ポリオキシエチレン(n=3)ラウリル	-	25	30	35	75	-	40	-	-	-	-	-
ホスフェートNa塩	-	-	-	20	-	-	10	20	20	-	-	20
ポリオキシエチレン(n=3)ひまし油	-	5	-	-	-	-	-	10	10	-	-	10
ポリオキシエチレン(n=30)ひまし油	5	-	-	-	-	-	-	10	10	-	-	10
オレイルイミダゾリウムエトサルフェート	-	-	-	-	-	-	-	-	10	10	-	10
ステアリン酸ジエタノールアミド	25	-	-	-	-	-	-	-	25	10	10	25
コロイダルシリカ	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	20	-
引き抜き抵抗性	70	70	67	85	80	92	83	86	82	73	42	38
帯電性(KV)	0.1	0.1	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	0.1
帯電性	4	5	5	5	5	4	5	4	5	5	5	5

#### 発明の効果

布団綿状繊維集合体に引き抜き抵抗性を付与するとともに、その性能がよく保持されて耐久性を有しているような処理剤を提供するものである。

本発明処理剤により改質された性能を使った布団綿状繊維集合体は、引き抜き抵抗力が強いので、その厚みを薄くした状態で高圧水流を使って柔らかくてドレープ性を付与するような時には、特に好適な素材である。従って、高級な和服や寝袋、キルティングの中綿に使って最適である。また、便捨て用繊維素材、特に医療や生理用および化粧用、土木あるいは日用雑貨などの用途に、その機能において被覆用や包装用および研磨用その他の分野にも好適な素材になる。

また、本発明処理剤を処理した布団綿状繊維集合体やシート、パフなどは、重ね合わせた時滑り落ちたり横にずれることがない品質の生産性が一段と向上する。

本発明繊維改質用処理剤で処理した繊維は綿の引き抜き抵抗が強く綿切れが防止できる。また、

層状の綿を積み重ねたときずれ落ちが防止される。

以上の理由から、布団綿等の生産効率が著しく向上する。さらに、本発明繊維改質用処理剤で処理した繊維は水の透過性、制電性等のバランスに優れており、衛生材料としても有用である。

特許出願人 松本油脂製薬株式会社

代理人 弁理士 青山 篠 ほか1名

特開平3-14683(7)

手 形 補 正 出 願

平成 1 年 7 月 21 日

特許庁長官殿

1. 事件の表示

平成 1 年 特許願 第 148068 号

2. 発明の名称

織造改質用処理剤

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 松本油脂製薬株式会社

4. 代理人

住所 〒540 大阪府大阪市中央区城見 2 丁目 1 番 6 1 号  
ツイン21 MIDタワー内 電話(06)949-1261

氏名 弁理士 (6214) 岡 山 洋



5. 補正命令の日付

口 発

6. 補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の欄

方 式  
審 査 (関)

7. 補正の内容

(1) 明細書、第 10 頁、第 1 行、「コロイダルシリコン」とあるを「コロイダルシリカ」に訂正する。

